

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 58-047095

(43)Date of publication of application : 18.03.1983

(51)Int.Cl.

C10M 7/04  
C10M 7/10

(21)Application number : 56-147294

(71)Applicant : NIPPON STEEL CHEM CO LTD  
NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 17.09.1981

(72)Inventor : YOSHIHARA SEISHIRO  
IURA TERUO  
OKITA SATORU  
KATSUNO MASAOKI  
KAMURA NOBUHIKO

## (54) HIGH-TEMPERATURE LUBRICANT COMPOSITION

## (57)Abstract:

PURPOSE: A high-temp. lubricant composition with excellent lubricating performance free from fear of pollution of working environment, which comprises a graphite powder, a condensation or addition polymer, and a dispersant.

CONSTITUTION: 50W94wt% graphite powder, 5W40wt% condensation or addition polymer and 0.2W10wt% dispersant are compounded. As said polymer, a curable resin having a three-dimensional network when cured and difficultly softenable and combustible is particularly pref. The curable resin to be used includes an epoxy resin, unsaturated polyester resin, alkyd resin, etc. in which crosslinking takes place among polymeric chains by curing in the presence of a curing agent in addition to a phenol resin, urea resin, melamine resin, silicon resin, etc. The curing agent includes hexamethylenetetramine, maleic anhydride, benzoyl peroxide, etc.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁 (JP)  
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開  
昭58—47095

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 10 M 7/04  
7/10

識別記号

庁内整理番号  
2115—4H  
2115—4H

④ 公開 昭和58年(1983)3月18日  
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 高温用潤滑剤組成物

⑯ 特 願 昭56—147294  
⑯ 出 願 昭56(1981)9月17日  
⑯ 発 明 者 吉原征四郎  
北九州市八幡東区枝光1—1—  
1 新日本製鐵株式會社生産技術  
研究所内  
⑯ 発 明 者 井浦輝生  
北九州市八幡東区枝光1—1—  
1 新日本製鐵株式會社生産技術  
研究所内  
⑯ 発 明 者 大北哲

柏江市和泉本町2—16—8  
⑯ 発 明 者 勝野正昭  
東京都杉並区天沼1—17—20  
⑯ 発 明 者 嘉村伸彦  
東京都大田区田園調布南9—2  
—31  
⑯ 出 願 人 新日本製鐵化学工業株式会社  
東京都中央区銀座6丁目17番2  
号  
⑯ 出 願 人 新日本製鐵株式会社  
東京都千代田区大手町2丁目6  
番3号  
⑯ 代 理 人 弁理士 成瀬勝夫

明 細 書

1 発明の名称

高温用潤滑剤組成物

2 特許請求の範囲

(1) 黒鉛粉末50～94重量%と、総合型又は付加型重合体5～40重量%と、分散剤0.2～10重量%とを含有することを特徴とする高温用潤滑剤組成物。

(2) 重合体が硬化性樹脂である特許請求の範囲第1項記載の高温用潤滑剤組成物。

(3) 重合体が硬化剤の存在下に硬化する樹脂であり、この樹脂を硬化させるのに必要な量の硬化剤を含有する特許請求の範囲第1項又は第2項記載の高温用潤滑剤組成物。

3 発明の詳細な説明

この発明は、鉄の圧延、鍛造あるいは引抜き、アルミニウムや銅の押出し、ダングステンやモリブデンの引抜き等、各種の金属や合金の熱間加工の際に使用される高温用潤滑剤組成物に関する。

従来、この種の潤滑剤組成物としては、潤滑油、

グリース又はこれらに黒鉛粉末や二硫化タングステン等の固体潤滑剤を混合したもの、あるいは、アルカリ金属硫酸塩、ホウ酸塩、塩化カリウム、ナトリウムトリアセテート、黒鉛粉末及び必要により添加される助剤とからなる微粉末混合物を水性分散液としたもの等が知られている。しかしながら、前者においては、熱的に不安定であつて使用の際に油の分解が起り、工具や加工物に悪影響を与えるほか、油や油の分解物が作業環境を著るしく汚染するという問題があり、また、後者においても、特にシームレス鋼管の製造等において満足し得る潤滑性能を発揮するとは言えないものであつた。

本発明者等は、かかる観点に鑑み、作業環境に対する汚染がなく、しかも優れた潤滑性能を有する高温用潤滑剤組成物の開発を目的として鋭意研究を重ねた結果、黒鉛粉末と重合総合型又は重付加型重合体とを主体とした系が金属表面に対する親和性に優れ、かつ、摩擦係数の小さい被膜を形成し、高温時において優れた潤滑性能を発揮するこ

とを見い出して本発明を完成したものである。特に、重縮合型又は重付加型重合体のうちの硬化性樹脂は、比較的長い間完全に強固な被膜を形成し、アルキレン系重合体又は共重合体では考えられないような低摩擦係数を示し、優れた潤滑性能を発揮するのを見い出した。

すなわち、本発明は、黒鉛粉末50～94重量%と、縮合型又は付加型重合体5～40重量%と、分散剤0.3～1.0重量%とを含有する高温用潤滑剤組成物を提供するものであり、特に好ましい実施態様として縮合型又は付加型重合体が硬化性樹脂である高温用潤滑剤組成物を提供するものである。

この発明において使用される黒鉛粉末は、それが天然品であつてもまた合成品であつてもよい。また、この黒鉛粉末の粒径については、通常、100 $\mu$ 以下の平均粒度と少なくとも95%の純度を有するものが使用され、このうち平均粒度0.3～3.0 $\mu$ のものが好ましい。

本発明でいう縮合型又は付加型重合体とは重縮

合反応又は重付加反応あるいは重付加・縮合反応によつて得られる重合体又は共重合体（環状エーテルの開環重合体は除く）である。

この縮合型又は付加型重合体の例としては、アルデヒドとその他の化合物、例えばケトン、フェノール、炭化水素、アミノ化合物等との重縮合反応により得られる重合体、酸又はその誘導体と水酸基又はその誘導体との重縮合反応により得られるポリエステル、ジカルボン酸とジアミノ化合物との重縮合反応等により得られるポリアミド、アミノ化合物とその他の化合物、例えば尿素、ホスゲン、イソシアネート化合物等との反応あるいは水とイソシアネート化合物との反応により得られるポリ尿素、ポリウレタン、有機化合物と無機のスルフィド又はチオサルフェートとの重縮合反応により得られる重合体、エポキシ基を持つ化合物から得られる重合体、ポリシロキサン等の有機ケイ素含有重合体等がある。これらは、単独で用いてもよく、また、二種以上を組合せて用いてもよい。

これら縮合型又は付加型重合体として特に好ましいものは、硬化した段階で三次元の網状構造を持ち、軟化や燃焼しにくい硬化性樹脂であり、硬化性樹脂としては、例えばフェノール樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、ケイ素樹脂等のほか、硬化剤の存在下に硬化させることにより高分子鎖間に架橋反応が起るエポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ウレタン樹脂等を挙げることができる。硬化剤としてはそれが架橋剤となる場合と触媒として働く場合とを問わず、熱硬化反応を促進する物質であればよい。この硬化剤の例としては、ヘキサメチレンテトラミン、ジエチレントリアミン、アンモニア水、アルカノールアミン塩類等のアミン系硬化剤、無水マレイン酸、無水フタル酸等の酸無水物系硬化剤、ベンゾイルパーオキシド、メチルエチルケトンパーオキシド等の過酸化物系硬化剤のほか、メチロールフェノール類、ルイス酸錯化合物、その他金属塩類や有機酸類等を挙げることができる。

さらに、本発明において使用される分散剤は、

水に可溶性であるかあるいは水に懸濁する性質を持ち、増粘効果と接着効果とを有して黒鉛粉末の沈降を防止する分散作用を有するものであればよい。この分散剤の例としては、カルボキシメチルセルロース、デンプン等の天然系粘着性分散剤、ポリサツカライド等の多糖類、グアーガム等の粘着物、ポリビニルアルコール等の合成粘着分散剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等の界面活性剤等を挙げることができる。

本発明の高温用潤滑剤組成物における各成分の配合割合は、通常、黒鉛粉末50～94重量%、縮合型又は付加型重合体5～40重量%、分散剤0.3～1.0重量%であり、好ましくは、黒鉛粉末70～90重量%、縮合型又は付加型重合体10～30重量%、分散剤3～8重量%がよい。また、縮合型又は付加型重合体として硬化剤の存在下に硬化する樹脂を使用する場合、使用される硬化剤の量は、通常、この樹脂を硬化させるのに必要な量であればよい。

本発明の高温用潤滑剤組成物は、水中に分散さ

せて潤滑剤水分散液として使用するものであり、この時の固形分濃度は通常5〜35重量%、好ましくは10〜30重量%の範囲内に調製する。この固形分濃度は、薄すぎると乾燥時間が長くなり形成される被膜の膜厚が薄くなって良好な潤滑性能を得ることができず、また、濃すぎると塗布しにくくなる。

このようにして調製された潤滑剤水分散液の使用方法は、この潤滑剤水分散液を熱間加工すべき金属の表面や、マンドレル、ダイス、ロール等の工具の表面に通常の手段で塗布し、これを乾燥させてこれら金属や工具の表面に被膜を形成した後熱間加工を行う。この場合、潤滑剤水分散液を塗布、乾燥した後適宜温度で焼付けを行うことにより、形成される被膜の金属表面に対する吸着性、密着性、あるいは、被膜強度を向上させることができる。

なお、本発明の高温用潤滑剤組成物において、予めその組成物中に、あるいは、潤滑剤水分散液を調製する際に、従来公知の第三成分、例えば被

膜安定剤、さび止め剤、酸化防止剤、乳化剤、極圧剤、腐食防止剤等を添加し、これら添加剤によつてそれぞれの特徴を付与することもできる。

本発明によれば、縮合型又は付加型重合体が有する活性な能基、例えば水酸基、カルボキシル基、アミノ基等により金属表面に対する親和性が向上し、これによつて金属表面に優れた被膜が形成されて優れた潤滑性能を発揮するものと思われる。

次に、実施例及び比較例に基づいてこの発明の内容を具体的に説明する。

〔実施例1及び2並びに比較例1及び2〕

第1表に示す割合で配合した潤滑剤組成物を第1表に示す固形分濃度で水に分散させて潤滑剤水分散液を調製し、この潤滑剤水分散液を鉄板上に塗布し、60℃10分間乾燥させて膜厚40μの試験片を得た。この試験片について、往復動摩擦試験機を用い、荷重5kg（接触球3/4"）、移動速度12m/min.の条件下に500℃又は800℃における摩擦係数を求めた。結果は第1表に示す通りであり、比較例の場合に比べてその摩擦係数が著しく小

さい値を示している。

〔実施例2〕

第2表に示す割合で配合した潤滑剤組成物を第2表に示す固形分濃度で水に分散させて潤滑剤水分散液を調製し、この潤滑剤水分散液を鉄板上に塗布し、300℃で10分間焼付けを行つて膜厚80μの試験片を得た。この試験片について、上記実施例1及び2の場合と同様にして500℃における摩擦係数を求めた。結果は第2表に示す通りである。

第 1 表

	潤滑剤組成物		固形分濃度 (重量%)	測定温度 (℃)	摩擦係数の経時変化		
	配合物名	配合割合 (重量%)			1分	4分	10分
実施例1	天然黒鉛粉末 (純度97%, 平均粒度1μ)	80.5	20.0	500	0.045	0.048	0.072
	エポキシ樹脂	15.4					
	カルボキシ メチルセルロース	2.8					
実施例2	天然黒鉛粉末 (純度98%, 平均粒度5μ)	76.8	26.1	500	0.034	0.028	0.028
	アルキド樹脂	19.8		800	0.036	0.034	—
	ポリサツカライド	2.9					
比較例1	天然黒鉛粉末 (純度98%, 平均粒度5μ)	76.8	26.1	500	0.092	0.088	0.100
	アクリル酸- ステレン共重合体	19.8		800	0.120	0.200	—
	カルボキシ メチルセルロース	2.9					
比較例2	合成黒鉛粉末 (純度99.9%, 平均粒度10μ)	76.7	22.1	800	0.082	0.100	0.140
	ポリ酢酸ビニル	20.0					
	カルボキシ メチルセルロース	2.8					

第 2 表

	潤滑剤組成物		固形分濃度 (重量%)	測定温度 (℃)	摩擦係数の経時変化		
	配合物名	配合割合 (重量%)			1分	4分	10分
実施例3	天然黒鉛粉末 (純度97%、 平均粒度1μ)	78.7	21.1	500	0.046	0.046	0.068
	エポキシ樹脂	15.0					
	メタキレ レンジアミン	2.6					
	カルボキシメチ ルセルローズ	3.7					

特許出願人 新日本製鉄化学工業株式会社

同 新日本製鐵株式会社

代理人 弁護士 成瀬勝夫